19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

#### INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11 No de publication :

2 833 204

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21 Nº d'enregistrement national :

01 15961

(51) Int CI7: B 32 B 31/12, B 32 B 18/00, 9/00, C 04 B 35/83

2)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A<sub>1</sub>

- 22 Date de dépôt : 11.12.01.
- (30) Priorité :

- 71 Demandeur(s): SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION SNECMA Société anonyme FR.
- Date de mise à la disposition du public de la demande : 13.06.03 Bulletin 03/24.
- 56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule
- 60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (2) Inventeur(s): LAVASSERIE ERIC, GUIRMAN JEAN MICHEL, BOUILLON ERIC et PHILIPPE ERIC.
- 73 Titulaire(s):
- 74 Mandataire(s): CABINET BEAU DE LOMENIE.
- (54) REALISATION DE PREFORME FIBREUSE AIGUILLETEE POUR FABRICATION DE PIECE EN MATERIAU COMPOSITE.
- (57) Une préforme fibreuse, constitutive du renfort fibreux d'une pièce en matériau composite à fabriquer est réalisée par superposition de strates fibreuses et liaison des strates entre elles, et par densification de la préforme aiguilletée par introduction au sein de celle-ci d'un matériau constitutif de la matrice du matériau composite. Au cours du processus de réalisation de la préforme, on disperse sur la surface d'au moins certaines des strates une poudre comprenant au moins un constituant choisi parmi une résine solide en poudre et des charges solides en poudre. La poudre est dispersée sur la surface de la strate supérieure de la préforme en cours de réalisation, avant superposition et aiguilletage d'au moins une strate supplémentaire.



#### 5 Arrière-plan de l'invention

10

15

20

25

30

35

L'invention concerne la fabrication de pièces en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice.

Le domaine d'application de l'invention est plus particulièrement, mais non exclusivement, celui des matériaux composites thermostructuraux qui sont caractérisés par leurs très bonnes propriétés mécaniques et par leur capacité à conserver ces propriétés à des températures élevées. De tels matériaux sont les matériaux composites carbone/carbone (C/C) ou les matériaux composites à matrice céramique (CMC). Ils sont utilisés notamment dans les domaines aéronautique, spatial et de la friction, en particulier pour des disques de frein d'avions ou de véhicules terrestres.

La fabrication d'une pièce en matériau composite comprend usuellement la réalisation d'une structure fibreuse, ou préforme, destinée à constituer le renfort fibreux de la pièce, et la densification de la préforme par une matrice.

La densification peut être réalisée par voie liquide, par voie gazeuse, ou par combinaison de ces deux voies.

La densification par voie liquide consiste à imprégner la préforme par une composition liquide comprenant habituellement une résine précurseur du matériau de la matrice, la transformation de la résine étant réalisée par voie thermique après réticulation.

La densification par voie gazeuse consiste à réaliser une infiltration chimique en phase vapeur. La préforme est placée dans une enceinte dans laquelle est admise une phase gazeuse qui, dans des conditions de température et de pression prédéterminées, diffuse au sein de la porosité de la préforme et y forme un dépôt solide de matrice par décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou réaction entre plusieurs constituants.

Les processus de formation de matrice carbone ou céramique par voie liquide ou par voie gazeuse sont bien connus.

Avant densification, la préforme peut être consolidée. La consolidation consiste à réaliser une phase de densification partielle suffisante pour conférer à la préforme une tenue ou rigidité lui permettant d'être manipulée sans se déformer et de subir une densification ultérieure sans nécessiter d'outillage de maintien.

5

10

15

20

25

30

35

La consolidation peut être réalisée par voie liquide en imprégnant la préforme par une composition contenant une résine qui est ensuite polymérisée. On peut utiliser une résine à caractère fugace susceptible d'être éliminée thermiquement au stade de densification ultérieure de la préforme. On peut aussi utiliser une résine constituant un précurseur d'un matériau compatible avec ou identique à celui de la matrice du matériau composite à réaliser.

Pour constituer un renfort fibreux pour une pièce en matériau composite, il est bien connu par ailleurs de réaliser une préforme obtenue aiguilletage de strates est par aiquilletée. Celle-ci bidimensionnelles. Les strates peuvent être empilées à plat, ou enroulées en spires superposées pour former par exemple un manchon, ou encore mises en forme par exemple par drapage sur une forme. Les strates sont formées par exemple par des couches de tissu, des nappes de fil ou câbles unidirectionnelles ou multidirectionnelles, des couches de feutre, des rubans, des tresses, ...

Plusieurs strates peuvent être superposées avant aiguilletage, ou l'aiguilletage peut être réalisé après chaque ajout d'une strate, comme décrit dans le document US 4 790 052.

Dans certains cas, il est utile d'introduire des charges solides sous forme de poudre au sein de la préforme fibreuse. Il peut s'agir de poudre d'une matière de nature identique à ou compatible avec celle de la matrice, afin notamment de réduire la porosité de la préforme, et, par làmême, de diminuer la quantité de matrice à former par voie liquide ou gazeuse. Il peut s'agir aussi de poudre d'une ou plusieurs matières conférant des propriétés particulières au matériau composite, par exemple une meilleure résistance à l'oxydation, des propriétés tribologiques, une discrétion radar, ou autre.

L'introduction de poudre au sein d'une préforme fibreuse soulève des difficultés, en particulier lorsqu'elle doit être effectuée de façon contrôlée, par exemple homogène ou avec un gradient prédéterminé de présence de poudre au sein de la préforme.

Une technique connue consiste à ajouter la poudre à une composition liquide contenant une résine de consolidation ou de densification de la préforme.

5

10

15

20

25

30

35

et

Cette technique convient pour l'imprégnation de strates bidimensionnelles individuelles mais n'est pas adaptée à l'imprégnation de structures tridimensionnelles épaisses.

En effet, lorsque l'imprégnation de la préforme par la composition liquide chargée de poudre est réalisée par immersion dans un bain de composition liquide ou par projection de celle-ci sur les faces externes de la préforme, il est nécessaire d'abaisser autant que possible la viscosité de la composition afin de favoriser le mouillage de la préforme et la pénétration à coeur de la composition liquide. Cela impose l'utilisation de grande quantité de solvant qu'il est ensuite nécessaire d'éliminer avec les problèmes qui en résultent sur les plans environnemental, hygiène et sécurité. De plus, la répartition de la poudre au sein de la préforme est très difficile, voire impossible à maîtriser.

Une autre technique d'introduction de poudre consiste à réaliser une aspiration sous vide avec une poudre en suspension dans un véhicule liquide, la suspension étant amenée d'un côté de la préforme et un filtre étant disposé du côté opposé pour retenir la poudre. Un tel procédé est décrit dans le document US 5 352 484 pour l'introduction de poudre de carbone. Ce procédé nécessite l'utilisation d'outillage particulier et, comme le précédent, requiert une poudre de très faible granulométrie de coût relativement élevé. En outre, ce procédé convient pour réaliser un fort remplissage de la porosité par la poudre mais ne permet pas de contrôler la répartition de la poudre dans le volume de la préforme. Il est donc d'une utilisation limitée.

Il a été proposé dans le document FR 2 619 104 de réaliser une pièce en matériau composite C/C par un procédé comprenant :

- l'imprégnation de strates fibreuses par une composition liquide contenant une résine et des charges solides en poudre,
  - la superposition et l'aiguilletage des strates ainsi imprégnées,

- la réalisation d'un traitement thermique pour polymériser et carboniser la résine.

Il s'agit dans le document FR 2 619 104 d'une technologie classique d'obtention de matériaux composites à partir de préimprégnés avec ajout d'un aiguilletage.

L'aiguilletage de strates fibreuses préimprégnées par une résine liquide entraîne inévitablement un encrassage rapide des aiguilles et même de la machine d'aiguilletage qui les porte. Cet encrassage entraîne rapidement une réduction de l'efficacité des aiguilles. Il est alors nécessaire de procéder à de fréquents nettoyages des aiguilles et de la machine, ce qui est particulièrement pénalisant en termes de coût et durée du processus.

## Objet et résumé de l'invention

5

10

15

20

25

30

35

L'invention a pour but de fournir un procédé permettant d'introduire de façon contrôlée des charges ou poudre au sein d'une préforme fibreuse sans présenter les inconvénients des procédés de l'art antérieur évoqués plus haut.

Ce but est atteint grâce à un procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice, le procédé comportant la réalisation d'une préforme fibreuse, constitutive du renfort fibreux, par superposition de strates fibreuses et liaison des strates entre elles, et par densification de la préforme aiguilletée par introduction au sein de celle-ci d'un matériau constitutif de la matrice, et le procédé étant caractérisé en ce que, au cours du processus de réalisation de la préforme, on disperse sur la surface d'au moins certaines des strates une poudre comprenant au moins un constituant choisi parmi une résine solide en poudre et des charges solides en poudre.

De préférence, on disperse la poudre sur la surface de la strate supérieure de la préforme en cours de réalisation, avant superposition et aiguilletage d'au moins une strate supplémentaire.

L'aiguilletage peut être réalisée après chaque ajout d'une nouvelle strate ou après ajout de plusieurs strates.

Avantageusement, la poudre comprend au moins une résine en poudre non complètement réticulée, et la réticulation de la résine est terminée après superposition et aiguilletage de la dernière strate, de manière à obtenir une préforme consolidée. La quantité totale en volume de résine en poudre dispersée lors de la réalisation de la préforme est alors avantageusement inférieure à 30 % du volume total apparent des strates fibreuses aiguilletées. La résine contribue donc simplement à la consolidation de la préforme, la densification de celle-ci pour former la matrice étant réalisée ultérieurement.

5

10

15

20

25

30

35

La présence d'une quantité limitée de résine sous forme de poudre solide est tout à fait compatible avec l'aiguilletage.

En outre, les grains de poudre de résine introduits ont pour effet de bloquer un retour éventuel des faisceaux de fibres transférées par les aiguilles transversalement aux strates (direction Z), donc d'améliorer l'efficacité de l'aiguilletage en terme de taux de fibres transférées en Z.

De plus, l'utilisation de résine solide en poudre au lieu de résine liquide évite d'avoir recours à des solvants, avec les problèmes d'hygiène et sécurité qui en découlent, et permet de réduire la durée du cycle de polymérisation de la résine.

La poudre peut aussi comporter des charges solides réfractaires, par exemple de la poudre de carbone, de graphite ou de céramique. La quantité totale en volume de telles charges solides dispersées lors de la réalisation de la préforme est de préférence inférieure à 10 % du volume total apparent des strates fibreuses aiguilletées.

Le procédé conforme à l'invention permet de résoudre de façon simple le problème d'introduction de poudre dans une préforme aiguilletée avec possibilité de contrôler la répartition de la poudre au sein de la préforme. Ainsi, la poudre peut être répartie de façon homogène ou l'on peut faire varier la quantité et/ou la composition de la poudre dispersée à la surface de strates, selon les propriétés souhaitées pour le matériau composite. On notera encore qu'il n'est pas nécessaire de recourir à une poudre ayant une très faible granulométrie pour garantir sa présence au coeur de la préforme.

Par rapport aux procédés connus évoqués plus haut visant l'imprégnation de textures aiguilletées par une résine de consolidation ou par des charges, le procédé conforme à l'invention a aussi pour avantage important que l'introduction de résine ou de charges et l'aiguilletage sont réalisés en une seule opération.

## Brève description des dessins

5

15

20

25

30

35

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description faite ci-après, à titre indicatif mais non limitatif. Il sera fait référence aux dessins joints sur lesquels :

- les figures 1A à 1E illustrent des étapes de réalisation d'une pièce en matériau composite par un procédé conforme à l'invention ;
- la figure 2 est une vue en coupe suivant le plan II-II de la figure 1A;
- les figures 3 et 5 sont des photographies montrant des préformes aiguilletées obtenues par un procédé conforme à l'invention ;
  - les figures 4 et 6 sont des photographies de détails des figures 3 et 5, respectivement.

## Description détaillée de mode de mise en oeuvre de l'invention

L'invention vise d'une façon générale la fabrication de pièces en matériau composite par réalisation de préformes aiguilletées, dans lesquelles une poudre de résine et/ou de charges solides est incorporée, et densification des préformes.

La réalisation de la préforme comprend la superposition et l'aiguilletage de strates fibreuses essentiellement bidimensionnelles.

Les strates peuvent être formées par des couches de tissu, des nappes uni- ou multidirectionnelles, des tresses, des rubans, des couches de feutre, ...

Les strates peuvent être formées de couches individuelles empilées à plat, ou de spires superposées d'une bande ou d'un ruban droit enroulé autour d'un axe, ou de spires superposées à plat formées par enroulement en hélice d'un tissu ou d'une bande, par exemple un tissu hélicoïdal. On pourra se référer aux documents US 4 790 052 et US 6 009 605 qui décrivent de tels procédés de réalisation de préformes aiguilletées.

Par commodité, on décrira ci-après la réalisation d'une préforme par empilement et aiguilletage de strates individuelles superposées à plat, étant noté que le procédé selon l'invention est applicable aux différents modes de réalisation de préformes aiguilletées évoqués ci-avant, comme cela apparaîtra immédiatement à l'homme de métier. Les strates 10 à aiguilleter sont empilées sur un plateau horizontal 12 (figure 1A). L'aiguilletage est réalisé au moyen d'une planche à aiguilles 14 portant des aiguilles 16 à barbes ou fourches. La planche à aiguilles est animée d'un mouvement alternatif transversal par rapport aux strates, par exemple vertical (flèche F<sub>1</sub>).

L'aiguilletage est réalisé sur toute la surface des strates. La planche à aiguilles s'étend par exemple sur la largeur des strates et un mouvement relatif horizontal entre les strates et la planche à aiguilles peut être nécessaire pour balayer l'intégralité de la surface des strates (flèche F<sub>2</sub>).

Dans l'exemple illustré, le mouvement est réalisé par déplacement des strates sur le plateau 12, par exemple au moyen d'une paire de rouleaux d'entraînement 18 (figure 2).

Afin de permettre aux aiguilles 16 de traverser la strate inférieure sans être endommagées, au moins au début du processus d'empilement et d'aiguilletage de strates, le plateau 12 est muni de trous 13 faisant face aux emplacements des aiguilles.

En variante, le mouvement relatif horizontal entre les strates et la planche à aiguilles peut être obtenu par déplacement de la planche à aiguilles. Dans ce cas, une couche de protection, telle qu'un feutre d'embase est interposé entre le plateau et la strate inférieure de l'empilement, comme décrit dans le document US 4 790 052 précité, de sorte que les aiguilles peuvent pénétrer dans cette couche de protection sans être endommagées.

Conformément à l'invention, une poudre est introduite dans la préforme en cours de réalisation par dispersion à la surface de la strate supérieure de l'empilement formé sur le plateau.

La dispersion de poudre pourra être réalisée sur chaque nouvelle strate ajoutée ou après ajout d'un groupe de strates.

Avantageusement, la poudre comporte une résine solide destinée à réaliser une consolidation de la préforme aiguilletée. Dans ce cas, la résine en poudre est de préférence dispersée sur chaque strate afin d'introduire la résine de façon homogène dans la préforme.

La résine en poudre est de préférence choisie à un état de polymérisation incomplète mais relativement poussée, afin d'alléger l'étape

25

30

35

20

5

10

15

de polymérisation complète ultérieure, tout en limitant le risque d'encrassement des aiguilles.

La résine en poudre peut être choisie parmi des précurseurs d'un matériau semblable à ou compatible avec celui de la matrice de matériau composite à réaliser. Des résines solides précurseurs de carbone sont par exemple des résines phénoliques ou brais, tandis que des résines solides précurseurs de céramique sont par exemple des composés organosiliciés tels que polycarbosilane, précurseur de SiC. On pourra aussi choisir une résine solide qui, après polymérisation, peut être éliminée par la chaleur, au début du processus de densification par la matrice, sans laisser de résidu solide. Une telle résine est par exemple un alcool vinylique ou un polyméthylméthacrylate.

5

10

15

20

25

30

35

La densité et la fréquence d'aiguilletage étant susceptibles d'entraîner un échauffement de la préforme lors de l'aiguilletage, on veillera à utiliser une résine dont la polymérisation complète n'est pas susceptible de se produire en raison de cet échauffement.

La résine en poudre est de ce fait choisie de préférence parmi les résines phénoliques de type "Novolaç" et les brais.

L'ajout de résine en poudre vise seulement à réaliser une consolidation de la préforme, non une densification de celle-ci. Par conséquent, la quantité totale de résine en poudre ajoutée est limitée, de préférence inférieure à 30 % en volume par rapport au volume total apparent des strates fibreuses aiguilletées.

La résine solide ajoutée contribue à bloquer les faisceaux de fibres transférées en Z par les aiguilles, donc à éviter un retour des fibres après leur déplacement par les aiguilles. L'efficacité de l'aiguilletage est accrue.

Avantageusement aussi, la poudre comporte une ou plusieurs charges constituées choisies par exemple parmi des poudres de carbone, de graphite ou de céramique destinées à combler en partie la porosité de la préforme fibreuse avant une densification finale ou à conférer au matériau composite de la pièce obtenue des propriétés particulières. Ainsi, par exemple, l'addition de poudres de composés du bore tels que B<sub>4</sub>C, SiB<sub>6</sub>, TiB<sub>2</sub> peut contribuer à améliorer la résistance à l'oxydation, tandis que l'addition de poudres de composés du silicium tels que SiC ou Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

peut conférer des propriétés tribologiques particulières telles qu'une meilleure résistance à l'usure par friction.

La nature et/ou la quantité des charges solides ajoutées pourra varier dans l'épaisseur de la préforme réalisée, selon les propriétés souhaitées.

5

10

15

20

25

30

35

Il est souhaitable toutefois de limiter la quantité de charges solides ajoutées afin de ne pas gêner l'aiguilletage ou entraîner une usure importante et rapide des aiguilles. Pour ces raisons, la quantité totale de charges solides ajoutées est de préférence inférieure à 10 % en volume par rapport au volume total apparent des strates fibreuses aiguilletées.

La dispersion de la poudre 20 à la surface d'une strate peut être réalisée par épandage, par exemple au moyen d'un tamis vibrant 22 (figure 1B) afin de réaliser une dispersion homogène.

Après épandage de la poudre, une strate supplémentaire au moins est ajoutée et est aiguilletée sur l'empilement de strates sous-jacent (figure 1C).

Un pas de descente peut être imposé au plateau 12 (flèche F<sub>3</sub>) après chaque passe d'aiguilletage. Le pas peut être constant ou suivre une loi de variation prédéterminée, comme décrit dans le document US 5 792 715. La variation du pas de descente permet de contrôler la profondeur de pénétration des aiguilles et donc le taux de fibres transférées en Z dans l'épaisseur de la préforme.

Les opérations d'épandage de poudre, d'ajout et aiguilletage de strates et de descente du plateau sont poursuivies jusqu'à obtention de l'épaisseur voulue par la préforme.

Lorsque la poudre dispersée dans la préforme obtenue 24 comprend une résine, la polymérisation complète de celle-ci est effectuée, après superposition et aiguilletage de la dernière strate, afin de consolider la préforme aiguilletée. Pendant cette phase de consolidation, la préforme peut être maintenue en forme dans un outillage 30 (figure 1D).

La transformation de la résine en carbone peut être réalisée par traitement thermique, à une température supérieure à 750°C par exemple à une température comprise entre 750°C et 1 200°C sous vide ou atmosphère neutre. En variante, cette carbonisation peut être réalisée lors de la phase de montée en température réalisée au début du processus ultérieur de densification. Lorsque ce processus de densification est réalisé

par voie liquide, l'imprégnation par un précurseur liquide du matériau constitutif de la matrice peut être réalisée avant cette carbonisation, de sorte que les transformations de la résine en carbone et du précurseur en matrice sont réalisées lors du même traitement thermique.

5

La densification de la préforme par le matériau, par exemple carbone ou céramique, constitutif de la matrice du matériau composite à réaliser, peut être réalisée par infiltration chimique en phase vapeur. La préforme consolidée est placée sur un plateau de chargement 34 dans un four d'infiltration 32 (figure 1E).

10

Lorsque la préforme a été réalisée avec incorporation de résine en poudre permettant sa consolidation, la densification de la préforme consolidée 26 peut être réalisée sans nécessiter d'outillage de maintien, comme montré sur la figure 1E.

En variante, la densification peut être réalisée par voie liquide.

15

Des exemples de réalisation de pièces en matériau composite par un procédé conforme à l'invention seront maintenant décrits.

Des préformes sont réalisées par superposition et aiguilletage de strates fibreuses formées de nappes multidirectionnelles, chacune de celles-ci est obtenue par superposition de plusieurs nappes unidirectionnelles en fibres de carbone, les nappes étant superposées avec des directions différentes.

20

Une passe d'aiguilletage est réalisée après chaque mise en place d'une strate, sur toute la surface de celle-ci. L'empilement de strates peut être abaissé avant chaque nouvelle passe d'aiguilletage. Cet abaissement est réalisé par pas réguliers ou non selon la répartition souhaitée du taux de fibres en Z dans l'épaisseur de la préforme.

25

Sur chaque nouvelle strate mise en place, et avant aiguilletage de celle-ci, une poudre est dispersée de façon homogène comprenant de la poudre de résine phénolique et/ou des charges (noir de carbone ou poudre de graphite).

30

Dans le cas où de la résine phénolique est introduite, celle-ci est transformée en carbone par traitement thermique à environ 800°C après réticulation.

35

Le tableau ci-dessous donne les caractéristiques de préformes obtenues, comprenant chacune 10 strates superposées aiguilletées. Dans ce tableau :

- le taux de fibres représente le pourcentage du volume apparent de la préforme occupé par les fibres,
- la quantité de poudre introduite, en pourcentage en masse, représente la part de la masse totale de la préforme représentée par la poudre (avant carbonisation de la résine éventuelle),

5

15

20

- le taux de poudre introduite, en pourcentage en volume, représente la part du volume total apparent de la préforme représentée par la poudre (avant carbonisation de la résine éventuelle), et
- le taux de carbone, en pourcentage en volume, représente la part du volume total apparent de la préforme occupée par du carbone (après carbonisation de la résine éventuelle).

Préforme	Taux de fibres	Nature de poudre	Quantité de poudre intro-	Taux de poudre	Taux de carbone
	(% volume)	introduite	duite (masse)	(% volume)	(% volume)
Α	27,7	Résine	25	7,5	30,1
		phénolique			
В	25,5	Poudre de	18	3,0	28,5
		graphite			
С	24,6	Noir de	24	6,5	31,1
		carbone			
D	25,6	Résine phé-	25	8,2	29,5
		nolique et			
		poudre de			
		graphite			

Les figures 3 à 6 sont des photographies des matériaux obtenus après carbonisation de la résine phénolique et densification finale des préformes A et D par du carbone pyrolytique, ou pyrocarbone, obtenu par infiltration chimique en phase vapeur.

On observe que la présence de poudres n'a pas affecté de transfert de fibres en Z par l'aiguilletage, et que le résidu de carbonisation, ou coke, de résine phénolique éventuellement chargé de poudre de graphite contribue grandement à la densification du matériau de façon répartie au sein de celui-ci.

## **REVENDICATIONS**

1. Procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice, le procédé comportant la réalisation d'une préforme fibreuse, constitutive du renfort fibreux, par superposition de strates fibreuses et liaison des strates entre elles, et par densification de la préforme aiguilletée par introduction au sein de celle-ci d'un matériau constitutif de la matrice,

5

10

15

20

25

30

caractérisé en ce que, au cours du processus de réalisation de la préforme, on disperse sur la surface d'au moins certaines des strates une poudre comprenant au moins un constituant choisi parmi une résine solide en poudre et des charges solides en poudre.

- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on disperse la poudre sur la surface de la strate supérieure de la préforme en cours de réalisation, avant superposition et aiguilletage d'au moins une strate supplémentaire.
- 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que chaque nouvelle strate superposée est aiguilletée sur l'empilement de strates sous-jacent.
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la poudre comprend au moins une résine en poudre non complètement réticulée, et la réticulation de la résine est terminée après superposition et aiguilletage de la dernière strate, de manière à obtenir une préforme consolidée.
- 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la quantité totale en volume de résine en poudre dispersée lors de la réalisation de la préforme est inférieure à 30 % du volume total apparent des strates fibreuses.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la poudre comprend au moins une résine en poudre choisie parmi des résines précurseurs de carbone et des résines précurseurs de céramique.
- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la poudre comprend des charges solides réfractaires.

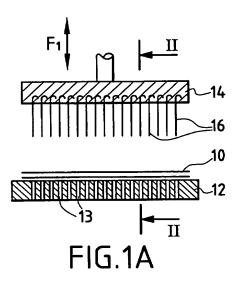
- 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que les charges solides réfractaires sont choisies parmi des poudres de carbone ou graphite et des poudres de céramique.
- 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la quantité totale en volume de charges solides réfractaires en poudre dispersées lors de la réalisation de la préforme est inférieure à 10 % du volume total apparent des strates fibreuses.

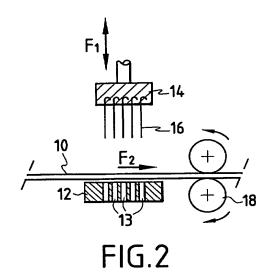
5

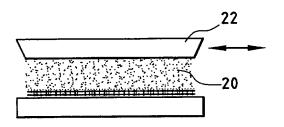
10

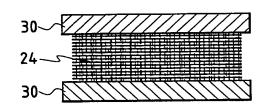
15

- 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que, au cours de la réalisation de la préforme, on fait varier la quantité et/ou la composition de la poudre dispersée à la surface de strates.
- 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la densification de la préforme aiguilletée est réalisée par infiltration chimique en phase vapeur.
- 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la densification de la préforme aiguilletée est réalisée par voie liquide.



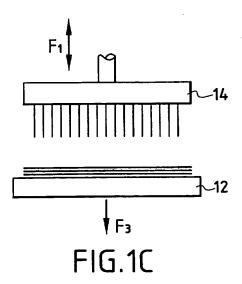


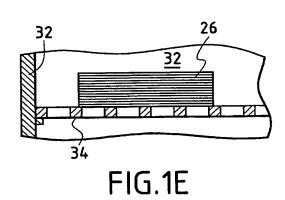


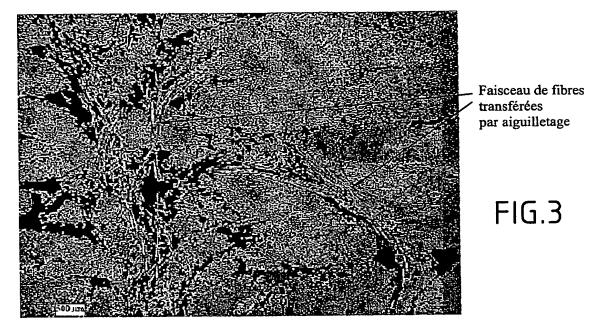


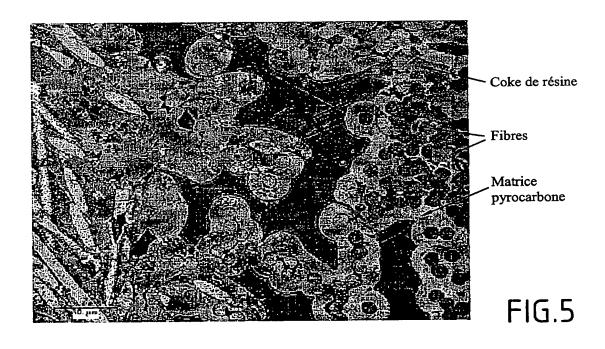


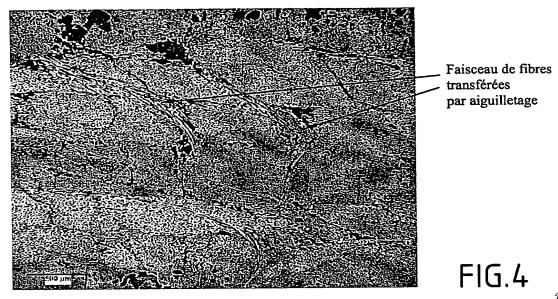
















3

2833204

N° d'enregistrement national

## RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche FA 611800 FR 0115961

	NDUSTRIELLE IMENTS CONSIDÉRÉS COMMI	E PERTINENTS	Revendication(s)	Classement attribué
Catégorie	Citation du document avec indication, en ca des parties pertinentes		concernée(s)	à l'Invention par l'INPI
Х	US 5 475 904 A (LE ROY GUY 19 décembre 1995 (1995-12- * revendications 10,11,13,*	-19)	1	B32B31/12 B32B18/00 B32B9/00 C04B35/83
A	WO 91 18741 A (VALTION TEX 12 décembre 1991 (1991-12- * page 5, ligne 11 - ligne * page 6, ligne 18 - ligne * page 9, ligne 9 - ligne * page 10, ligne 32 - page figure 5 *	-12) e 15 * e 34 * 23 *	1-12	
Α	US 4 515 847 A (TAVERNA AI 7 mai 1985 (1985-05-07) * colonne 3, ligne 47 - co * * colonne 5, ligne 1 - ligne 1	olonne 4, ligne 3	1-12	
D,A	FR 2 619 104 A (KOBE STEE 10 février 1989 (1989-02- * page 3, ligne 22 - page figure 1 *	10)	1-12	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) B29C C04B
	·			
	<b>\</b>	e d'achèvement de la recherche		Examinateur
	Dai	12 septembre 200	2 Pie	erre, N
X:pa Y:pa aut A:an O:div	CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS  rticulièrement pertinent à lui seul  rticulièrement pertinent en combinaison avec un  tre document de la même catégorie  rère-plan technologique  rulgation non-écrite  cument intercalaire	à la date de dép de dépôt ou qu'e D : cité dans la den L : cité pour d'autre	evet bénéficiant ôt et qui n'a été à une date posté nande es raisons	d'une date antérieure publié qu'à cette date

# ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0115961 FA 611800

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus. Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date d12-09-2002 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication	
US 5475904	Α	19-12-1995	FR	2678547	A1	08-01-1993
	•	••	AT	129757	T	15-11-1995
			AU	2278492	Α	11-02-1993
			CA	2112582	A1	21-01-1993
			DE	69205828	D1	07-12-1995
			DE		T2	04-07-1996
•			EP	0594700	A1	04-05-1994
			ES		T3	16-02-1996
			WO	9301342		21-01-1993
			JP		B2	04-07-2000
			JP	6508893	T	06-10-1994
			KR	221167	B1 	15-09-1999
WO 9118741	Α	12-12-1991	FI	902718	Α	01-12-1991
			AU	7900591	Α	31-12-1991
			CA	2084197		01-12-1991
			DE	69130111	D1	08-10-1998
•			DE	69130111	T2	21-01-1999
			EP	0532715		24-03-1993
			WO	9118741	Al 	12-12-1991
US 4515847	Α	07-05-1985	AUCUN			
FR 2619104	Α	10-02-1989	FR	2619104	A1	10-02-1989
	••	<del>-</del>	JP	1133914	Α	26-05-1989
			JP	2783807	B2	06-08-1998
			US	4983451	Α	08-01-1991
			US	5071700	Α	10-12-1991